

METODOLOGIA PARA MEDIÇÃO DE MICRODUREZA VICKERS EM MATERIAIS METÁLICOS COM MICROESTRUTURA EXTREMAMENTE REFINADA

Mateus Turíbio e Silva Moreira, turibioengmec@gmail.com¹
Bruno da Silva de Paiva, bruno0paiva22@gmail.com¹
Frederico Garcia Bindi de Lacerda, lacerda.frederico@uerj.br²
André Rocha Pimenta, andre.pimenta@ifrj.edu.br¹⁻²

¹ Laboratório de Instrumentação e Simulação Computacional – LISCOMP, Instituto Federal do Rio de Janeiro – IFRJ, Rua Sebastião Lacerda, s/nº, centro, Paracambi - RJ, Brasil

² Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPG-EM, Universidade do Estado do Rio de Janeiro – UFRJ, Rua Fonseca Teles, 121, São Cristovão, Rio de Janeiro – RJ, Brasil,

Resumo. O objetivo deste trabalho é avaliar uma metodologia de medição de microdureza Vickers com carga de 5 gramas-força (gf) para materiais metálicos com grãos extremamente pequenos. O material utilizado neste estudo foi uma amostra de juntas soldadas TIG em um aço hyperduplex. A amostra foi indentada com a carga especificada de 5gf. Após a amostra ser indentada no microdurômetro, foram utilizadas técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) para caracterizar e registrar as indentações. Imagens feitas por microscopia óptica (MO) também foram feitas para termos de comparação com a qualidade das imagens feitas por MEV. Para medir as diagonais da indentação, foi utilizado o aplicativo destinado a processamento de imagens ImageJ. Observou-se que a precisão ao realizar as medições utilizando-se das imagens feitas por MEV são melhores que as feitas diretamente no equipamento.

Palavras chave: Microdureza. Vickers. MEV. Hyperduplex.

Abstract. The aim of this work is to evaluate a Vickers microhardness measurement methodology with a load of 5 grams-force (gf) for metallic materials with extremely small grains. The material used in this study was a sample of GTAW welded joints in a hyperduplex steel. The sample was indented with the specified load of 5gf. After the sample was indented on the microhardness tester, scanning electron microscopy (SEM) techniques were used to characterize and record the indentations. Images taken by optical microscopy (OM) were also acquired for comparison with the quality of the SEM images. The ImageJ software was used to measure the diagonals of the indentation. It was observed that the precision in performing the measurements using SEM images is better than those made directly on the equipment.

Keywords: Microhardness. Vickers. SEM. Hyperduplex.

1. Introdução

Aços inoxidáveis duplex são aços bifásicos compostos pela combinação microestrutural de ferrita(α) e austenita(γ), sendo a ferrita uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado, enquanto a austenita é cúbica de face centrada. A fase ferrítica é responsável pelo aumento da resistência mecânica, enquanto a austenita garante a tenacidade e uma melhor resistência à corrosão. Os aços inoxidáveis duplex combinam, portanto, algumas das características das duas principais classes, as graduações austeníticas e ferríticas. Essa combinação de propriedades confere aos aços inoxidáveis duplex uma grande atratividade para uma ampla gama de aplicações e setores de mercado. (Dobrzański et al., 2007). Atualmente, existem quatro tipos de aço duplex disponíveis no mercado, sendo eles: “lean-duplex”, “duplex”, “superduplex” e “hyperduplex”. Eles têm as mesmas proporções de ferrita e austenita em sua microestrutura, entretanto, possuem diferentes quantidade de elementos de liga. (Charles, 2008).

Os aços inoxidáveis duplex são amplamente utilizados em várias áreas do mercado por conta de suas características mecânicas atrativas. Eles apresentam desafios técnicos muito diversificados e, simultaneamente, propriedades atrativas. com excelentes índices custo/propriedades, especialmente em mercados críticos, incluindo petróleo e gás, indústria química, indústria de papel e celulose, sistemas de água, plantas de dessalinização, equipamentos de controle de poluição, navios-tanque químicos, etc. (Charles, 2008).

Os aços hyperduplex, última geração a ser desenvolvida, destacam-se por sua alta resistência à corrosão e mecânica. Uma das modificações implementadas nos aços hyperduplex é o refino dos grãos, com o objetivo de atingir altas propriedades mecânicas. (Wang et al. 2022).

Na ciência dos materiais, a dureza representa uma característica dos sólidos que se manifesta na sua resistência à deformação plástica localizada. Geralmente, essa resistência é testada mediante abrasão ou indentação, refletindo a capacidade de um material em "riscar" outro. Ensaios não destrutivos de dureza, microdureza e nanodureza são feitos para avaliar a resistência à deformação plástica do material. Geralmente, essa resistência é testada por meio de uma indentação. Geralmente ensaios de dureza são realizados para definir a dureza média do material, não se importando com a dureza de uma fase específica presente no material. Cargas em quilo força (kgf) são aplicadas para realização de ensaios de dureza. Ensaios de microdureza são conduzidos em escala microscópica, onde as indentações feitas tem comprimentos de micrometros. As técnicas mais realizadas para microdureza são Vickers e Knoop, que aplicam cargas em grama-força (gf) específicas por tempo determinado em um único grão do material e medem o tamanho da marcação resultante da indentação. Ensaios de nanodureza são realizadas quando é desejado medir a dureza em escalas muito menores a de um grão específico. A indentação tem escala nanométrica e normalmente o método utilizado é o de teste de Berkovich, onde se aplica uma força expressa em milinewtons (mN) (Callister Jr., W. D. 2008).

Em juntas soldadas de aço duplex, principalmente os aços hyperduplex, a microestrutura gerada é muito refinada, resultando em tamanho de grão muito pequeno, como apresentado por (Strnad e Jakab-Farkas 2014). Portanto, não é possível utilizar a técnica de microdureza para medição desta propriedade em cada fase individualmente na estrutura resultante na zona de fusão. Fato que limita os estudos dos efeitos de soldagem. Até o presente momento, é desconhecido qualquer resultado neste sentido apresentado na literatura.

O propósito deste estudo é introduzir uma metodologia específica para a medição da microdureza Vickers em aços com estruturas muito refinadas, como os inoxidáveis hyperduplex. Objetivando investigar e comparar as dificuldades encontradas ao lidar com as características específicas para medição de dureza neste tipo de aço.

2. Materiais e Metodologia

Amostras de juntas soldadas TIG autógenas em aços hyperduplex foram utilizadas neste estudo. As amostras foram cortadas e embutidas em baquelite PolyFast da marca Struers, uma baquelite condutora para facilitar a observação em microscópio eletrônico de varredura. O embutimento foi realizado em uma embutidora Arotec PRE 30 Mi.

No preparo das amostras foram utilizadas lixas de 180 até 1200 mesh. Após serem lixadas, as amostras foram higienizadas e passaram por banho de ultrassom por 3 minutos para completa remoção de resíduos da lixa. Após, as amostras foram polidas com pastas de diamante de 6, 3 e 1 μ m, respectivamente.

Para permitir a identificação das fases durante o ensaio de microdureza, foi realizado um ataque eletrolítico em um equipamento da marca Buehler, modelo Eletromet 4. A amostra é imersa por completo numa solução 10% NaOH, um eletrodo negativo é imerso na solução enquanto o eletrodo positivo fica em contato direto com a amostra. Uma diferença de potencial de 3 volts é aplicada por 20 segundos para realizar o ataque químico e revelar as fases ferrita e austenita.

Os testes de microdureza vickers foram conduzidos com uma carga de 5gf. O equipamento possui uma ponta de diamante em formato de pirâmide, que é forçado contra a superfície do material fazendo, então, uma indentação no mesmo utilizando-se de uma carga fixa pré-configurada antes do teste. Após a carga ser atingida, esta é mantida por 10 segundos, realizando uma indentação no grão, para que estas sejam feitas corretamente, devem estar completamente dentro do grão, conforme orientado pela (NBR ISO ABNT 6507-1 2019).

A caracterização das indentações foram feitos por microscopia eletrônica de varredura (MEV), o equipamento utilizado foi um Hitachi TM 3000, o formato de sinal utilizado foi BSE COMPO, a voltagem de aceleração dos elétrons foi de 15 keV, utilizou-se uma ampliação de 9000x nas imagens. Para ser possível encontrar de forma rápida as marcações feitas pelo microdurômetro, foi utilizado o formato de sinal TOPO em conjunto com marcações feitas manualmente por caneta marca texto na amostra.

Para a medição das diagonais realizadas pela indentação, foi utilizado o software de processamento de imagens ImageJ. (Schneider, Rasband, e Eliceiri 2012).

Com o intuito de permitir comparações, imagens com as ampliações iguais ao do microdurômetro foram retiradas em microscopia óptica, e para encontrar as marcas feitas pela indentação, duas marcas de caneta marca texto foram feitas manualmente na amostra, e as indentações foram feitas entre as duas marcas.

3. Resultados e Discussões

Devido às limitações do equipamento, torna-se extremamente difícil fazer medições utilizando-se apenas do zoom óptico do microscópio do microdurômetro, tendo em vista as dimensões extremamente pequenas das diagonais da microindentações feitas pela carga de 5 gramas-força. Para meio de comparação, foram retiradas imagens por meio de microscopia óptica utilizando-se de uma objetiva de 50x, que é a ampliação máxima que o microscópio do microdurômetro utilizado neste estudo atinge, além disso, uma imagem com ampliação máxima do microscópio óptico, utilizando a objetiva de 100x, foi retirada. As indentações com essas ampliações podem ser observadas na Figura 1. Cada

Figura apresenta duas indentações, uma maior, realizada com a carga de 20 gramas-força, e outra menor com a carga de 5 gramas-força. É notório que utilizar a ampliação de 50x, que é a mesma do microdurômetro, é inviável para fazer medições precisas, tendo em vista que a indentação que deve ser medida é a menor, sendo necessário, então, meios de avaliação que possam ampliar mais ainda a imagem, com o intuito de melhorar a precisão das medições das diagonais. Mesmo utilizando a objetiva de 100x não seria possível medir a indentação realizada com 5 gramas-força.

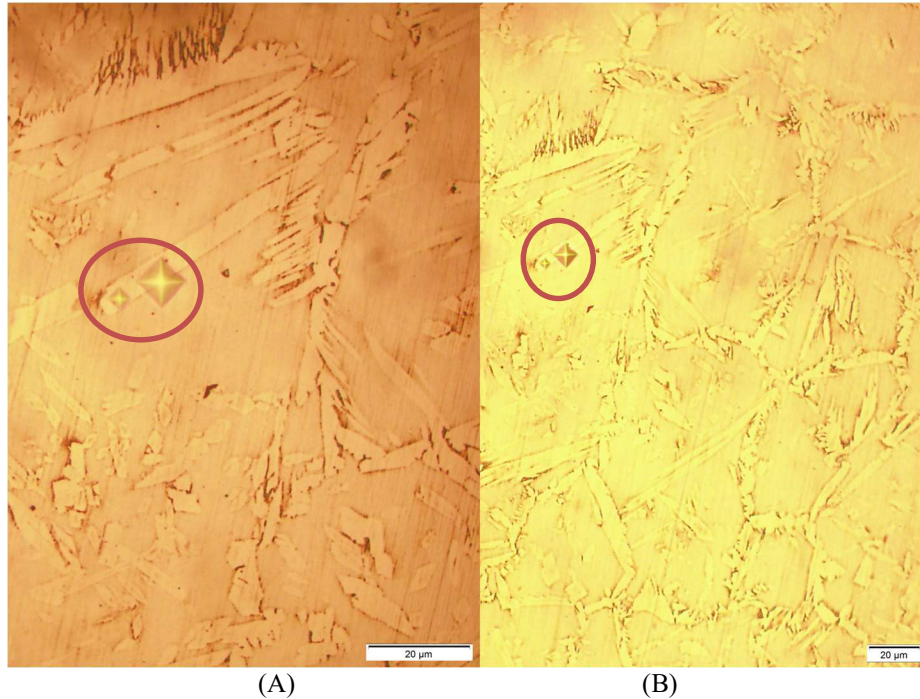


Figura 1: Imagens em MO. Objetiva de 100x (A). Objetiva de 50x (B)

Imagens foram retiradas em MEV em formato TOPO para demonstrar como é possível visualizar as indentações ao lado da marcação manual feita (Figura 2(A)). Além disso, outra imagem feita em modo COMPO (Figura 2(B)) na mesma ampliação utilizada por esta metodologia foi feita com o intuito de demonstrar que há maior clareza na visualização das indentações no modo TOPO em ampliações menores.

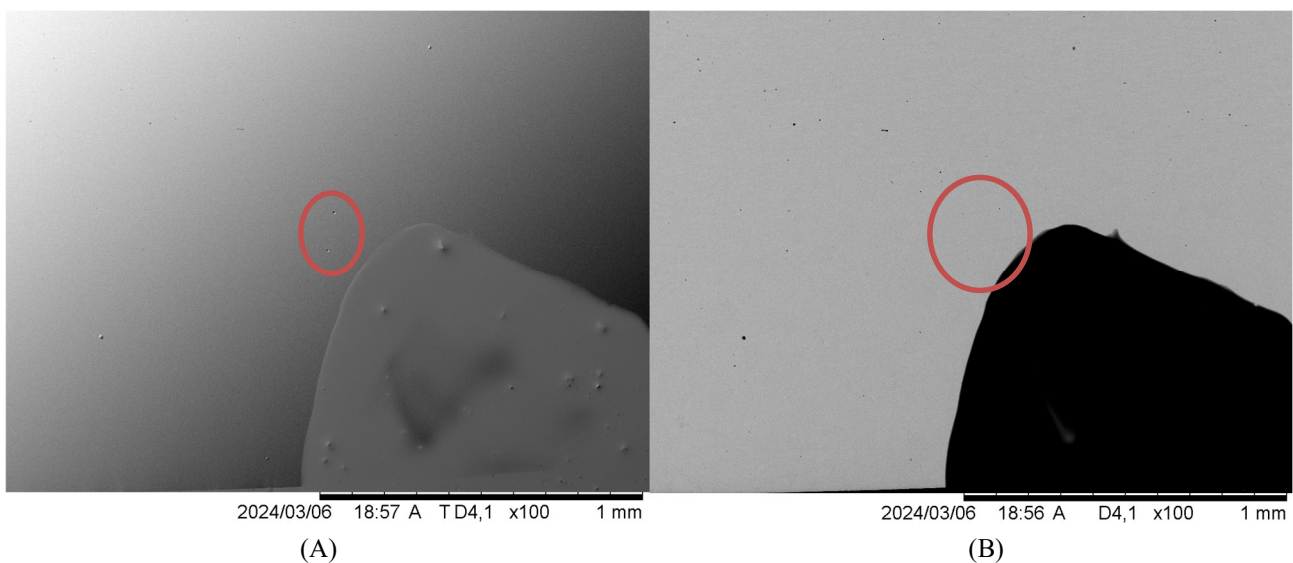


Figura 2: Imagens em MEV. Ampliação de 100x, modo de visualização TOPO (A). Ampliação de 100x, modo de visualização COMPO (B).

Na Figura 3, onde foi utilizado o modo de visualização TOPO, é possível identificar com clareza as indentações, porém não fica claro em qual grão a indentação se encontra tampouco a acurácia da marcação. Além disso, o tamanho de suas diagonais não pode ser observado com exatidão.

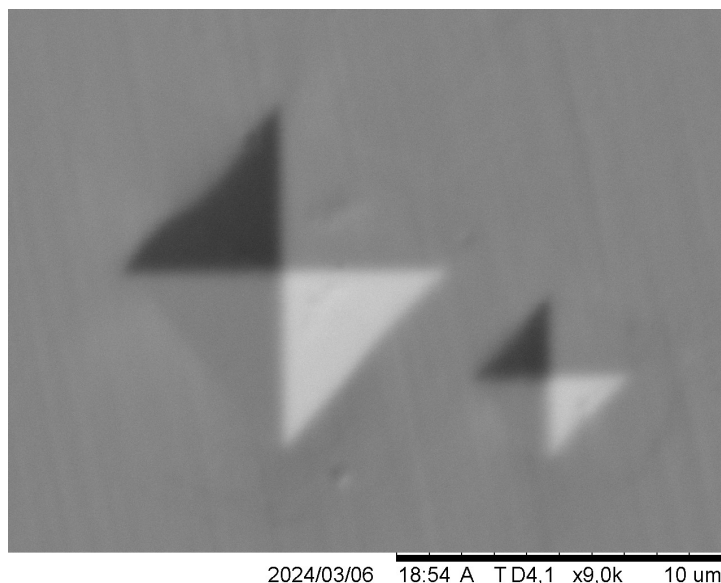


Figura 3: Imagem em MEV. Ampliação de 9000x, modo de visualização TOPO. Indentação de 20gramas-força e 5 gramas-força num grão de austenita.

As dimensões das lamelas dos grãos de austenita na zona de fusão no aço hyperduplex são muito finas, dificultando a medição ao utilizar as cargas comumente utilizadas em ensaios de microdureza. Outros estudos de microdureza indicam que comumente as cargas utilizadas variam de 20gf até 200gf em aços inoxidáveis duplex (Olanipekun et al. 2019).

Para permitir comparação visual do tamanho da indentação com a espessura do grão, duas marcas foram feitas lado a lado num grão de austenita, permitindo visualizar que não seria possível utilizar a carga de 20gf para medir a microdureza deste grão, tendo em vista que suas diagonais são maiores que a espessura do grão.

Na Figura 4 é possível identificar as indentações utilizando o modo de visualização COMPO, além disso, é possível visualizar também se a marcação foi feita dentro do grão e o tamanho exato de suas diagonais, como é esperado. Conjuntamente, é notório que a marca de 20gf é maior que a espessura do grão, tornando inviável utilizar tal carga em medições de microdureza de um material tão refinado, diferente da carga de 5gf, que está dentro do grão, como pode ser visto na imagem.

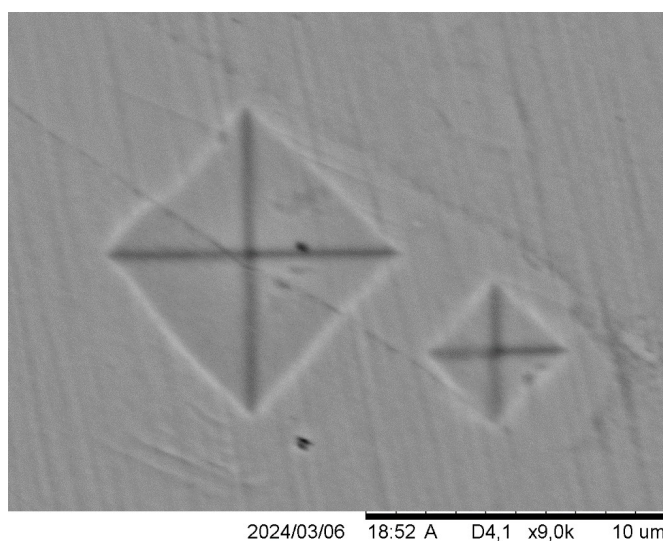


Figura 4: Imagem em MEV. Ampliação de 9000x, modo de visualização COMPO. Indentação de 20gramas-força e 5 gramas-força num grão de austenita.

4. Conclusões

Este trabalho avaliou uma metodologia de medição de microdureza Vickers para materiais com grãos de lamela muito finas, utilizando-se de meios externos ao equipamento de microdureza para realizar a caracterização e medição com maior precisão. Os resultados permitem concluir que:

- Utilizando-se cargas muito baixas para indentação, a precisão da medição é inviável ao se utilizar apenas o microscópio do microdurômetro.
- A carga de 5gf imprime no material indentações com as dimensões ideais para realizar o teste de microdureza Vickers.
- As técnicas utilizadas para caracterizar e registrar as diagonais da indentação utilizando a microscopia eletrônica de varredura se mostraram extremamente eficientes.
- A utilização da aplicação ImageJ para medição das diagonais da indentação se mostrou extremamente eficiente.

5. Agradecimentos

Os autores agradecem o financiamento do Instituto Federal do Rio de Janeiro (PIBIC 2023-2024) e da Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro FAPERJ (E-26/200.122/2023; E-26/211.412/2021).

6. Referências Bibliográficas

ABNT, 2019. NBR 6507-1. ISO. Materiais metálicos – Ensaio de dureza vickers Parte 1: Método de Ensaio. Associação Brasileira de Normas Técnicas.

Callister Jr., W. D. 2008. Ciência e engenharia de materiais. Rio de Janeiro: LTC Editora.

Charles, Jacques. 2008. “Duplex Stainless Steels - a Review after DSS ‘07 Held in Grado”. *Steel Research International* 79 (6): 455–65. <https://doi.org/10.1002/srin.200806153>.

Dobrzański, L A, Z Brytan, M Actis Grande, e M Rosso. 2007. “Properties of Duplex Stainless Steels Made by Powder Metallurgy”. *Archives of Materials Science and Engineering* 28 (4).

Olanipekun, Ayorinde Tayo, Maledi Nthabiseng, Olusoji Oluremi Ayodele, M. R. Mphahlele, Bob Mpinda Mampuya, e Peter Apata Olubambi. 2019. “Datasets on the measurement of mechanical properties of ferrite and austenite constitutive phases using nanoindentation and micro hardness techniques”. *Data in Brief* 27 (dezembro): 104551. <https://doi.org/10.1016/j.dib.2019.104551>.

Schneider, Caroline A., Wayne S. Rasband, e Kevin W. Eliceiri. 2012. “NIH Image to ImageJ: 25 Years of Image Analysis”. *Nature Methods* 9 (7): 671–75. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>.

Strnad, Gabriela, e Laszlo Jakab-Farkas. 2014. “Improving the Accuracy of Low-load Vickers Microhardness Testing of Hard Thin Films”. *Procedia Technology, The 7th International Conference Interdisciplinarity in Engineering, INTERENG 2013, 10-11 October 2013, Petru Maior University of Tirgu Mures, Romania*, 12 (janeiro): 289–94. <https://doi.org/10.1016/j.protec.2013.12.488>.

Wang, Hang, Ai Qin Wang, Changyi Li, Xingsheng Yu, Jingpei Xie, e Chenlu Liu. 2022. “Effect of Secondary-Phase Precipitation on Mechanical Properties and Corrosion Resistance of 00Cr27Ni7Mo5N Hyper-Duplex Stainless Steel during Solution Treatment”. *Materials* 15 (21): 7533. <https://doi.org/10.3390/ma15217533>. .2019.104551.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.